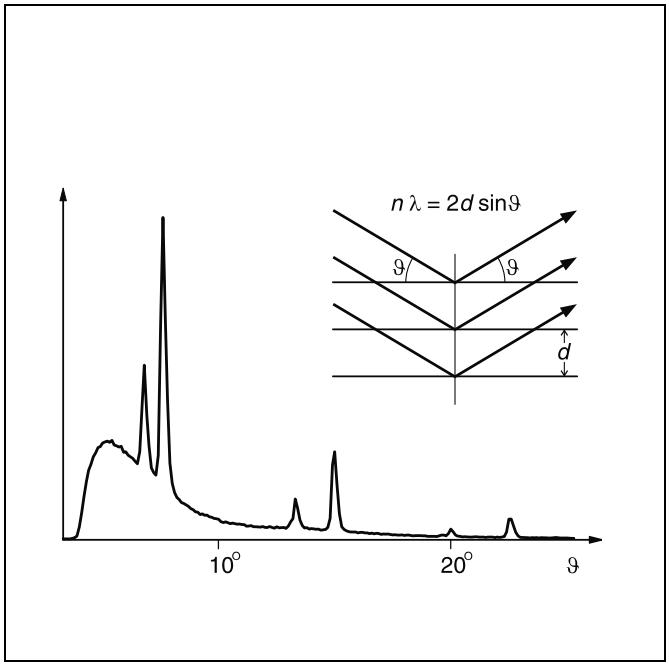
Réflexion de *Bragg:* Diffraction de rayons X sur un monocristal

Objectifs expérimentaux

- Etude de la réflexion de Bragg sur un monocristal de NaCl avec le rayonnement X caractéristique du molybdène.
- Détermination de la longueur d'onde pour le rayonnement X caractéristique K_α et K_β du molybdène.
- Vérification de la loi de la réflexion de Bragg.
- Vérification de la nature ondulatoire du rayonnement X.



Notions de base

D'après une observation faite pour la première fois par *H. W.* et *W. L. Bragg* en 1913, la disposition régulière des atomes et des ions dans un cristal peut être interprétée de manière à ce que les composants du réseau soient disposés sur des plans réticulaires parallèles les uns par rapport aux autres. Si des rayonnements X parallèles incident sur un tel cristal et si on suppose qu'ils ont une nature ondulatoire, alors chaque composant du réseau situé dans un plan réticulaire agit comme un centre de diffusion et émet une onde sphérique. D'après *Huygens,* les ondes sphériques se superposent pour former un front d'ondes «réfléchi». La longueur d'onde λ reste ici inchangée par rapport au front d'ondes «incident» et les directions de rayonnement perpendiculaires aux deux fronts d'ondes satisfont à la condition «angle d'incidence = angle de réflexion».

Les rayons réfléchis sur les divers plans réticulaires interfèrent de manière constructive lorsque leurs différences de marche Δ sont des multiples entiers de la longueur d'onde λ:

$\Delta = n \cdot \lambda$ avec n = 1, 2, 3, … (I)

Comme le montre la fig. 1 pour deux plans réticulaires adjacents écartés de d, on a pour les différences de marche Δ_1 e Δ_2 des rayons incidents et réfléchis sous l'angle ϑ

$\Delta_1 = \Delta_2 = d \cdot \sin \vartheta$

et ainsi pour toute la différence de marche

$\Delta = 2 \cdot d \cdot \sin \vartheta$. (II)

D'après (I) et (II), on a la loi de la réflexion de Bragg:

$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \vartheta$ (III)

L'angle ϑ est appelé angle de brillance.

Pour vérifier la loi de la réflexion de Bragg, on étudie la diffraction de rayons X sur un cristal de NaCl dont les plans réticulaires sont parallèles aux faces du cube des cellules unitaires du cristal. L'écartement des plans réticulaires d du

Matériel

1 Appareil à rayons X	554 811
1 Tube compteur à fenêtre pour rayonnements α, $\langle$, γ et X	559 01
Matériel supplémentaire:	
1 PC avec Windows 95/98 ou Windows NT	

cristal de NaCl cubique à faces centrées vaut la moitié de la constante de réseau a_0. On a donc [1].

$2 \cdot d = a_0 = 564{,}02$ pm

Les mesures sont réalisées avec le goniomètre intégré dans l'appareil à rayons X (554 811). Pour mettre les rayons X en évidence, on se sert d'un tube compteur de Geiger-Müller orienté avec le cristal de NaCl en couplage 2ϑ par rapport au rayonnement X incident, c.-à-d. que le tube compteur est à chaque fois tourné d'un angle deux fois plus grand que celui du cristal (cf. fig. 2).

Le rayon X est constitué dudit rayonnement de freinage continu et de plusieurs raies distinctes qui proviennent du rayonnement X caractéristique de l'anode de Mo et sont causés par les transitions de K_α et K_β dans les atomes de Mo. Pour vérifier la loi de la réflexion de Bragg, c'est surtout le rayonnement caractéristique qui convient. Ses propriétés sont données dans l'ouvrage [2] et récapitulées dans le tab. 1. Les angles de brillance correspondants sous lesquel les maxima de diffraction du rayonnement caractéristique sont attendus en cas de diffusion sur un monocristal de NaCl (d = 282,01 pm) d'après la loi de la réflexion de Bragg, sont indiqués dans le tab. 2 jusqu'au troisième ordre de diffraction.

Remarques de sécurité

L'appareil à rayons X satisfait aux consignes relatives à la construction d'un appareillage à rayons X pour l'enseignement et d'un appareil à protection totale et est homologué en tant que tel (d'après le règlement allemand sur les rayons X).

Grâce aux dispositifs de protection et de blindage incorporés par le constructeur, le taux de dose hors de l'appareil est réduit à moins de 1 μSv/h, une valeur d'un ordre de grandeur correspondant à la dose d'irradiation naturelle.

- Avant la mise en service, vérifier le bon état de l'appareil à rayons X et s'assurer que la haute tension est bien coupée à l'ouverture des portes coulissantes (voir mode d'emploi de l'appareil à rayons X).
- Tenir l'appareil à rayons X à l'abri des personnes non autorisées.

Eviter une surchauffe de l'anode dans le tube à rayons X Mo.

- A la mise en service de l'appareil, vérifier si le ventilateur dans la partie tube fonctionne.

Le goniomètre s'ajuste exclusivement par le biais de moteurs électriques pas à pas.

- Ne bloquer ni le bras de cible, ni le bras de capteur du goniomètre et ne pas modifier le réglage par force.

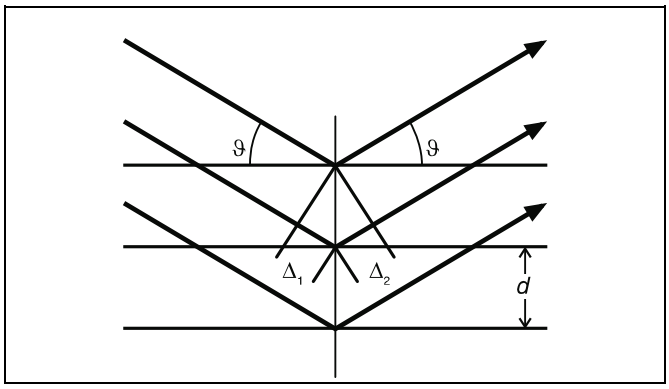


Fig. 1 Représentation schématique de la réflexion de rayons X sur les plans réticulaires d'un monocrista
Δ_1, Δ_2: différences de marche,
ϑ: angle de brillance,
d: écartement des plans réticulaires

Tab. 1: Energie E, fréquence ν et longueur d'onde λ du rayonnement X caractéristique du molybdène (valeurs moyennes pondérées [1])

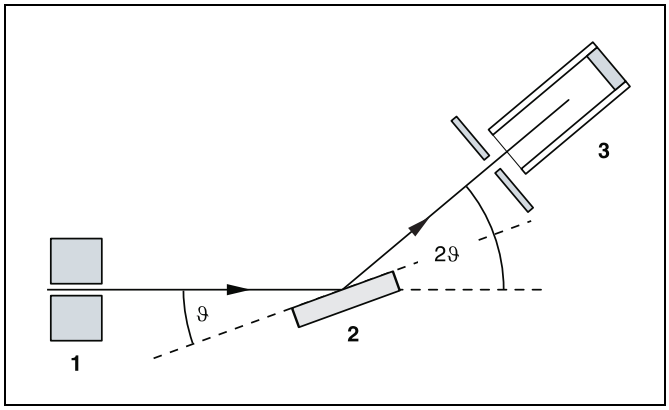
	$\frac{E}{\text{keV}}$	$\frac{\nu}{\text{EHz}}$	$\frac{\lambda}{\text{pm}}$
K_α	17,443	4,2264	71,080
K_β	19,651	4,8287	63,095

keV = 10^3 eV, EHz = 10^{18} Hz, pm = 10^{-12} m

Tab. 2: Angle de brillance ϑ du rayonnement X caractéristique du molybdène pour la diffraction jusqu'au troisième ordre sur un monocristal de NaCl

n	$\vartheta(K_\alpha)$	$\vartheta(K_\beta)$
1	7,24°	6,42°
2	14,60°	12,93°
3	22,21°	19,61°

Fig. 2 Schéma de principe pour la diffraction de rayons X sur un monocristal et pour le couplage 2ϑ entre l'angle du tube compteur et l'angle de diffusion (angle de brillance)
1 collimateur, **2** monocristal, **3** tube compteur



Remarque préliminaire

Les mesures peuvent en principe être réalisées dans les deux modes de service «balayage manuel» et «balayage automatique» de l'appareil à rayons X (voir mode d'emploi de l'appareil à rayons X). Le relevé des valeurs mesurées peut se faire manuellement par lecture dans la zone d'affichage et par inscription dans un tableau, avec un enregistreur ou avec un PC.

La mesure qui prend le moins de temps est celle en mode de service «balayage automatique» avec une acquisition simultanée des valeurs mesurées suivie d'une exploitation avec un PC, sous Windows 95/98/NT. Elle est décrite dans la présente feuille d'expérience.

La transmission des données vers le PC est assurée via le port série RS232 de l'appareil à rayons X. Le flux de données est acquis, représenté et exploité avec le programme «Appareil à rayons X» livré avec les fournitures de l'appareil à rayons X. Le programme étant lancé, il est possible d'appeler une aide exhaustive avec la touche F1. Pour de plus amples renseignements sur l'installation, veuillez vous référer au mode d'emploi de l'appareil à rayons X.

Des possibilités d'acquisition des données sous Windows 3.1 sont indiquées dans le mode d'emploi.

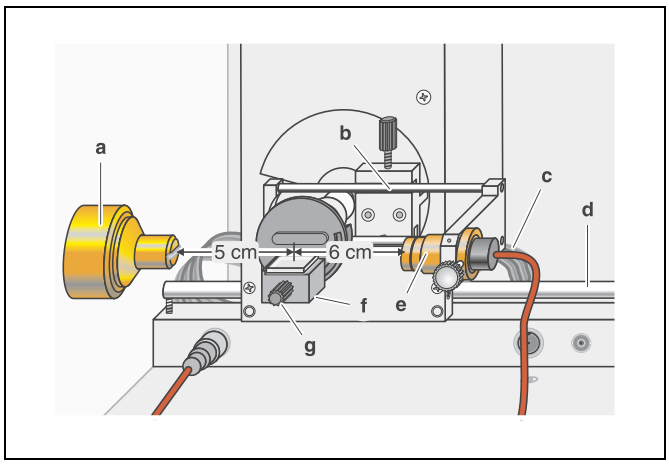
Montage

Montage du dispositif de Bragg:

Certains détails importants sur le montage expérimental sont illustrés sur la fig. 3. La marche à suivre est la suivante (voir aussi mode d'emploi de l'appareil à rayons X):

- Monter le collimateur dans le logement du collimateur **(a)** (suivre la rainure de guidage).
- Fixer le goniomètre aux barres de guidage **(d)** de manière à ce que la distance s_1 entre le diaphragme à fente du collimateur et le bras de cible soit d'env. 5 cm. Enficher le câble plat **(c)** pour la commande du goniomètre.

Fig. 3 Montage expérimental en disposition de Bragg



- Enlever le capuchon protecteur du tube compteur à fenêtre, placer le tube compteur à fenêtre dans le logement du capteur **(e)** et brancher le câble du tube compteur à la douille GM-Tube.
- En déplaçant le porte-capteur **(b)**, régler sur env. 6 cm la distance s_2 entre le bras de cible et le diaphragme à fente du logement du capteur.
- Installer le porte-cible avec le plateau pour cible **(f)**.
- Desserrer la vis moletée **(g)**, poser bien à plat le cristal NaCl sur le plateau pour cible, prudemment soulever le plateau pour cible avec le cristal jusqu'à la butée puis resserrer la vis moletée avec précaution (pour éviter de la tordre, ne pas appuyer trop fort).
- Eventuellement ajuster la position zéro du système de mesure du goniomètre (voir mode d'emploi de l'appareil à rayons X).

N.B.:

Les cristaux de NaCl sont hygroscopiques et fragiles: ranger le cristal bien au sec, éviter autant que possible les sollicitations mécaniques, ne toucher que les faces avant du cristal.

Si le taux de comptage est trop faible, il est possible de réduire un peu la distance s_2 entre la cible et le capteur. Mais l'écartement ne devra pas être trop faible étant donné que sinon la résolution angulaire du goniomètre ne suffit plus pour la séparation des raies caractéristiques K_α *et* K_β.

Préparation de l'acquisition des valeurs mesurées avec le PC:

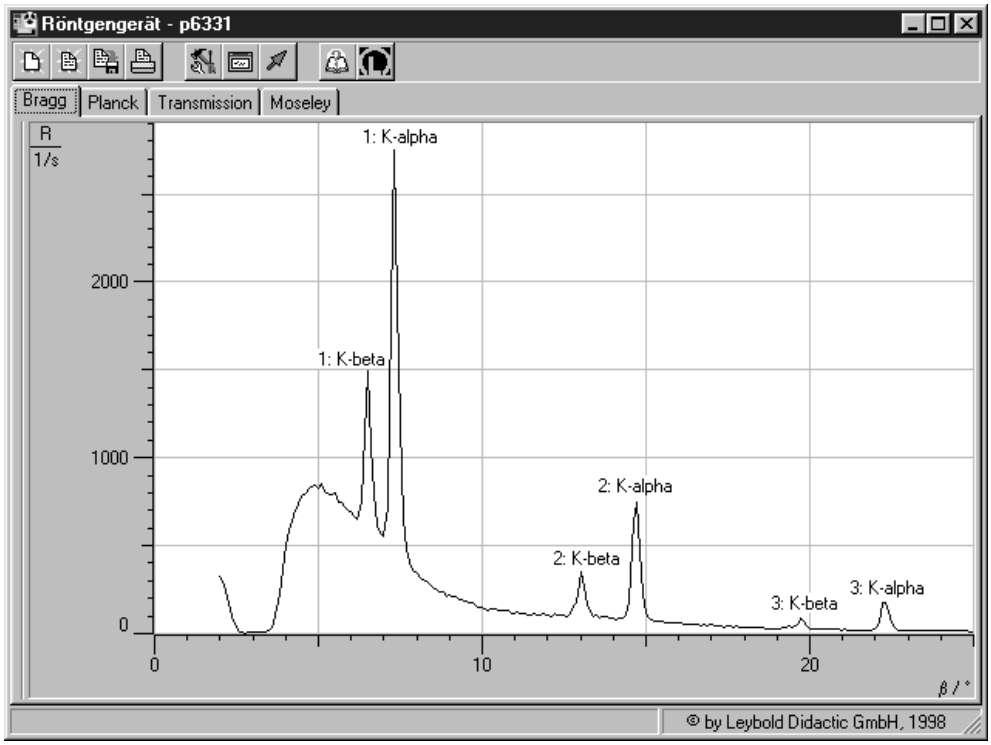
- Relier la sortie RS232 et le port série du PC (en général COM1 ou COM2) par le câble V24 à 9 pôles (inclus au matériel livré avec l'appareil à rayons X).
- Eventuellement installer le programme «Appareil à rayons X» sous Windows 95/98/NT (voir mode d'emploi de l'appareil à rayons X) et sélectionner la langue désirée.

Réalisation

- Lancer le programme «Appareil à rayons X», vérifier si l'appareil à rayons X est branché correctement et si besoin est, effacer des données de mesure existantes avec le bouton ou la touche F4.
- Choisir la haute tension du tube U = 35,0 kV, le courant d'émission I = 1,00 mA, le temps de mesure par pas angulaire Δt = 10 s et le pas de progression angulaire $\Delta\beta$ = 0,1°.
- Activer le bouton-poussoir Coupled pour le couplage 2ϑ de la cible et du capteur puis régler la valeur limite inférieure de l'angle de la cible sur 2°, la valeur limite supérieure sur 25°.
- Lancer la mesure et la transmision des données vers le PC avec le bouton-poussoir SCAN.
- Une fois la mesure terminée, enregistrer la série de mesures sous un nom approprié avec le bouton ou la touche F2.

Exemple de mesure

La fig. 4 montre le spectre de diffraction mesuré.



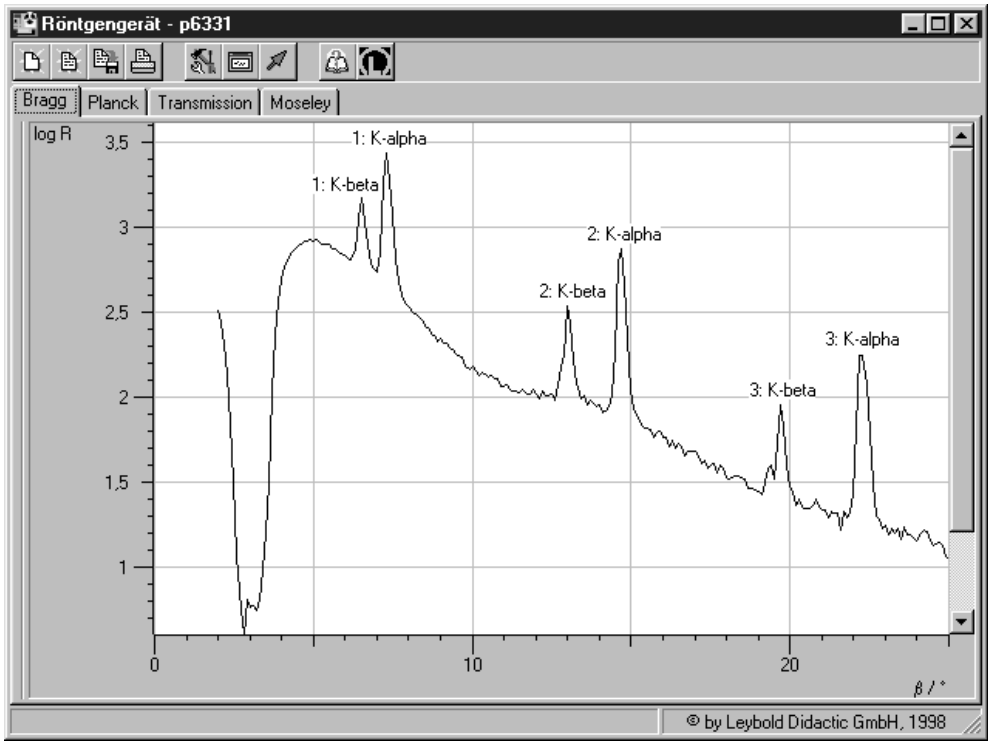


Fig. 4 Spectre de diffraction du rayonnement X pour la réflexion de Bragg jusqu'au troisième ordre sur un monocristal de NaCl
en haut: représentation linéaire du taux de comptage *R*,
en bas: représentation logarithmisée du taux de comptage *R*,
Paramètres du tube à rayons X: U = 35 kV et I = 1 mA

Exploitation

- Appeler les possibilités d'exploitation du programme «Appareil à rayons X» en cliquant avec la touche droite de la souris et sélectionner le point de menu «Calcul valeur principale du pic».
- Avec la touche gauche de la souris, marquer à chaque fois les pics sur leur «largeur totale», si besoin est, reporter dans le graphe la valeur principale β déterminée et la largeur de pic σ avec Alt+T puis noter la valeur principale sous forme d'angle de brillance dans un tableau de mesure (voir tab. 3 et 4).
- Enregistrer les mesures et les exploitations sous un nom approprié avec le bouton ou la touche F2.
- A partir de l'angle de brillance ϑ, calculer la longueur d'onde λ d'après la loi de la réflexion de Bragg (IV) en utilisant l'écartement des plans réticulaires d = 282,01 pm (voir tab. 3 et 4).
- Etablir les moyennes des longueurs d'onde déterminées pour les divers ordres de diffraction (voir tab. 5).

Tab. 3: Angles de brillance mesurés de la raie K_α du molybdène et longueurs d'onde λ calculées à partir de ceux-ci pour les trois premiers ordres de diffraction

n	$\vartheta(K_\alpha)$	$\frac{\lambda(K_\alpha)}{\text{pm}}$
1	7,24°	71,08
2	14,60°	71,09
3	22,20°	71,04

Tab. 4: Angles de brillance mesurés de la raie K_β du molybdène et longueurs d'onde λ calculées à partir de ceux-ci pour les trois premiers ordres de diffraction

n	$\vartheta(K_\beta)$	$\frac{\lambda(K_\beta)}{\text{pm}}$
1	6,42°	63,07
2	12,94°	63,15
3	19,58°	63,01

Tab. 5: Valeur moyenne et valeur littéraire [2] de la longueur d'onde λ caractéristique

	$\frac{\lambda(K_\alpha)}{\text{pm}}$	$\frac{\lambda(K_\beta)}{\text{pm}}$
Valeur moyenne	71,07	63,08
Valeur littéraire	71,08	63,09

Résultat

La bonne coïncidence entre les longueurs d'onde trouvées expérimentalement pour les raies caractéristiques et les valeurs littéraires du tab. 5 confirme la validité de la loi de la réflexion de Bragg. Cela confirme en même temps la nature ondulatoire des rayons X puisque cette propriété était sous-entendue pour la formulation de la loi.

Information supplémentaire

Les raies caractéristiques K_α et K_β sont effectivement constituées de plusieurs raies adjacentes qu'il est possible d'observer séparément avec des ordres de diffraction assez élevés (voir feuille d'expérience P6.3.3.4). Les valeurs moyennes pondérées des diverses raies de cette sous-structure sont données dans le tab. 1.

Bibliographie

[1] Handbook of Chemistry and Physics, 52ème édition (1971–72), The Chemical Rubber Company, Cleveland, Ohio, USA.

[2] C. M. Lederer et V. S. Shirley, Table of Isotopes, 7ème édition, 1978, John Wiley & Sons, Inc., New York, USA.

© by Leybold Didactic GmbH
Printed in the Federal Republic of Germany
Technical alterations reserved